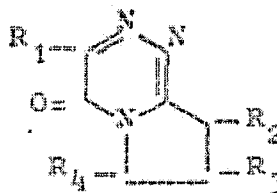


Triazinones, processes for the preparation of these compounds, and herbicidal agents containing them**Publication number:** DE3340026 (A1)**Publication date:** 1985-05-15**Inventor(s):** FRANKE WILFRIED DIPL CHEM DR [DE]; ARNDT FRIEDRICH [DE]; KLOSE WALTER DIPL CHEM DR [DE]**Applicant(s):** SCHERING AG [DE]**Classification:****- international:** A01N43/90; C07D487/04; A01N43/90; C07D487/00; (IPC1-7): C07D487/04; A01N43/64**- European:** A01N43/90; C07D487/04**Application number:** DE19833340026 19831103**Priority number(s):** DE19833340026 19831103**Abstract of DE 3340026 (A1)**

The invention relates to novel 4,6,7,8-tetrahydropyrrolo[2,1-c] [1,2,4]triazin-4-ones of the general formula in which R₁ represents hydrogen, a C1-C8-alkyl radical which is optionally substituted by halogen and/or cyano and/or hydroxyl and/or C1-C4-alkoxy, a C3-C8-cycloalkyl radical which is optionally monosubstituted or polysubstituted by alkyl and/or halogen and/or phenyl, an aromatic or araliphatic hydrocarbon radical which is optionally monosubstituted or polysubstituted by C1-C4-alkyl and/or halogen and/or C1-C4-alkoxy and/or the nitro group and/or the trifluoromethyl group, or represents a heterocyclic hydrocarbon radical, R₂, R₃ and R₄ are identical or different and represent in each case hydrogen, a C1-C6-alkyl group which is optionally monosubstituted or polysubstituted by halogen,; an aryl radical which is optionally monosubstituted or polysubstituted by identical or different substituents from the series comprising C1-C6-alkyl, halogen, C1-C4-alkoxy, the nitro group and/or the trifluoromethyl group, and their salts with inorganic acids, to processes for the preparation of these compounds, and to herbicidal agents containing them.



Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑪ DE 3340026 A1

⑤1 Int. Cl. 3:
C07D 487/04
A 01 N 43/64

②1 Aktenzeichen: P 33 40 026.1
②2 Anmeldetag: 3. 11. 83
④3 Offenlegungstag: 15. 5. 85

⑦1 Anmelder:

Schering AG, 1000 Berlin und 4709 Bergkamen, DE

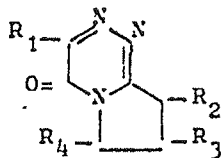
⑦2 Erfinder:

Franke, Wilfried, Dipl.-Chem. Dr.; Arndt, Friedrich,
Dipl.-Landw. Dr.; Klose, Walter, Dipl.-Chem. Dr.,
1000 Berlin, DE

Bibliothek
Bur. Ind. Eigendom
11 JUNI 1985

⑤4 Triazinone, Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen sowie diese enthaltende Mittel mit herbizider Wirkung

Die Erfindung betrifft neue 4,6,7,8-Tetrahydropyrrolo[2,1-c][1,2,4]triazin-4-one der allgemeinen Formel



die Trifluormethylgruppe substituierten Arylrest bedeuten, sowie deren Salze mit anorganischen Säuren, Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen sowie diese enthaltende Mittel mit herbizider Wirkung.

in der

R₁ Wasserstoff, einen gegebenenfalls durch Halogen und/oder Cyan und/oder Hydroxy und/oder C₁-C₄-Alkoxy substituierten C₁-C₆-Alkylrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Alkyl und/oder Halogen und/oder Phenyl substituierten C₃-C₈-Cycloalkylrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch C₁-C₄-Alkyl und/oder Halogen und/oder C₁-C₄-Alkoxy und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen oder aromatisch-aliphatischen Kohlenwasserstoffrest oder einen heterocyclischen Kohlenwasserstoffrest, R₂, R₃ und R₄ gleich oder verschieden sind und jeweils Wasserstoff, eine gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Halogen substituierte C₁-C₆-Alkylgruppe, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch C₁-

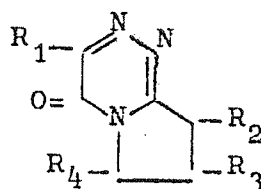
DE 3340026 A1

COPY

ORIGINAL INSPECTED

P A T E N T A N S P R Ü C H E

1. 4,6,7,8-Tetrahydropyrrolo [2,1-c] [1,2,4] triazin-4-one
der allgemeinen Formel



I

in der

R_1 Wasserstoff, einen gegebenenfalls durch Halogen und/oder Cyan und/oder Hydroxy und/oder C_1 - C_4 -Alkoxy substituierten C_1 - C_8 -Alkylrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Alkyl und/oder Halogen und/oder Phenyl substituierten C_3 - C_8 -Cycloalkylrest, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch C_1 - C_4 -Alkyl und/oder Halogen und/oder C_1 - C_4 -Alkoxy und/oder die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten aromatischen oder aromatisch-aliphatischen Kohlenwasserstoffrest oder einen heterocyclischen Kohlenwasserstoffrest,

R_2 , R_3 und R_4 gleich oder verschieden sind und jeweils Wasserstoff, eine gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Halogen substituierte C_1 - C_6 -Alkylgruppe, einen gegebenenfalls ein- oder mehrfach, gleich oder verschieden durch C_1 - C_6 -Alkyl, Halogen, C_1 - C_4 -Alkoxy, die Nitrogruppe und/oder die Trifluormethylgruppe substituierten Arylrest bedeuten, sowie deren Salze mit anorganischen Säuren.

2. 4,6,7,8-Tetrahydropyrrolo [2,1-c] [1,2,4] triazin-4-one gemäß Anspruch 1, worin R_1 Phenyl, 4-Fluorphenyl, tert.-Butyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl oder Methyl-cyclohexyl, R_2 Wasserstoff, R_3 Wasserstoff und R_4 Wasserstoff oder Methyl bedeuten.

ORIGINAL

-2-

3. 3-Cyclopentyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7 /1,2,47-
triazin-4-on
4. 3-tert-Butyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7 /1,2,47-
triazin-4-on
- 5 5. 6-Methyl-3-phenyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7 /1,2,47-
triazin-4-on
6. 3-Phenyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7 /1,2,47-
triazin-4-on
- 10 7. 3-(4-Fluorphenyl)-6-methyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo-
/2,1-c7-/1,2,47-triazin-4-on
- 15 8. 3-tert-Butyl-6-methyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7-
/1,2,47-triazin-4-on
- 20 9. 3-Cyclohexyl-6-methyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7-
/1,2,47-triazin-4-on
10. 3-Cyclopentyl-6-methyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7-
/1,2,47-triazin-4-on
- 25 11. 3-Cyclohexyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7 /1,2,47-
triazin-4-on
12. 3-Methyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7 /1,2,47-
triazin-4-on
- 30 13. 3-Isopropyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7 /1,2,47-
triazin-4-on
14. 3-Isobutyl-6-methyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo /2,1-c7-
/1,2,47-triazin-4-on
- 35 15. 3-(1-Methylcyclohexyl)-6-methyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo-
/2,1-c7 /1,2,47-triazin-4-on

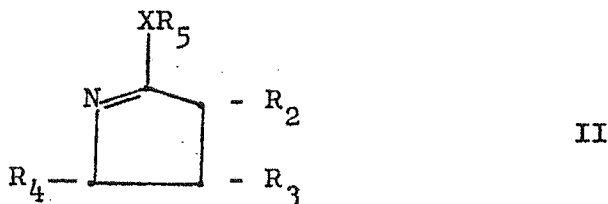
BAD ORIGINAL

-3-

Postanschrift: Schering Aktiengesellschaft, Postfach 850311, D-1000 Berlin 65 • Für Besucher: Berlin-Wedding, Müllerstraße 170-178 • Telegramme: Scheringchem
Vorstand: Dr. Herbert Asmus, Dr. Christian Brunn, Dr. Heinz Hanne, Horst Kramp, Dr. Klaus Pöhle, Dr. Horst Witzel • Vorsitzender des Aufsichtsrats: Hans-Jürgen I
Sitz der Gesellschaft: Berlin und Bergkamen • Handelsregister: AG Charlottenburg 93 HRB 283 und AG Kamen HRB 0061 • Berliner Commerzbank AG, Berlin, K
108700600, Bankleitzahl 100 400 00 • Berliner Handels- und Frankfurter Bank, Berlin, Konto-Nr. 70045224, Bankleitzahl 100 202 00 • Deutsche Bank Berlin AG, K
241500A Bankleitzahl 100 700 00 • Postscheckamt Berlin West, Konto-Nr. 11 75-101, Bankleitzahl 100 100 10

16. Verfahren zur Herstellung von 4,6,7,8-Tetrahydropyrrolo-
[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on gemäß Ansprüchen 1 bis 15,
dadurch gekennzeichnet, daß man

a) Verbindungen der allgemeinen Formel

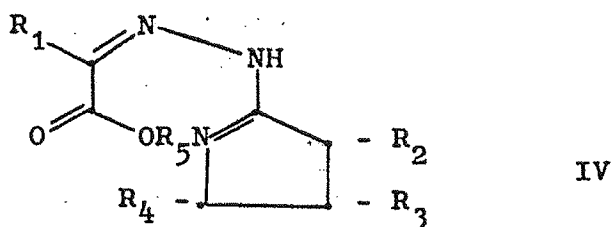


zunächst mit Hydrazin und anschließend mit Verbindun-
gen der allgemeinen Formel



umsetzt, worin R₁, R₂, R₃ und R₄ die oben genannte Be-
deutung haben, X ein Sauerstoff- oder Schwefelatom und
R₅ Wasserstoff, einen Methyl- oder Äthylrest darstellen,
oder

b) Verbindungen der allgemeinen Formel



in einem gegenüber Verbindungen der allgemeinen Formel
IV inerten Lösungsmittel erhitzt.

17. Mittel mit herbizider Wirkung, gekennzeichnet durch einen
Gehalt an mindestens einer Verbindung gemäß den Ansprüchen
1 bis 15.

ORIGINAL

-4-

18. Mittel mit herbizider Wirkung gemäß Anspruch 17 in Mischung mit Träger- und/oder Hilfsstoffen.
- 5 19. Mittel mit herbizider Wirkung gemäß Anspruch 17, hergestellt nach Verfahren gemäß Anspruch 16.

10

15

20

25

30

35

-5-

BAD ORIGINAL

Berlin, den 2. November 1983

TRIAZINONE, VERFAHREN ZUR
HERSTELLUNG DIESER VERBIN-
DUNGEN SOWIE DIESE ENTHAL-
TENDE MITTEL MIT HERBIZIDER
WIRKUNG

Die Erfindung betrifft neue 4,6,7,8-Tetrahydropyrrolo /2,1-c7-
/1,2,4/ triazin-4-one gemäß Oberbegriff des Anspruchs 1, ein
Verfahren gemäß Oberbegriff des Anspruchs 16 zur Herstellung
dieser Verbindungen sowie Mittel gemäß Oberbegriff des An-
spruchs 17 enthaltend diese Wirkstoffe.

Konstitutionsanaloge Verbindungen gleicher Wirkungsrichtung
sind bereits bekannt (DE-PS 2 138 031).

Das Problem einer guten herbiziden Wirkung gegen Problemun-
kräuter bei gleichzeitig guter Verträglichkeit gegen mehrere
landwirtschaftliche Hauptkulturen, die in enger Fruchtfolge
miteinander stehen können, lösen diese Verbindungen jedoch
nicht.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Entwicklung eines
Mittels, welches gegen schwer bekämpfbare Unkräuter in mehre-
ren landwirtschaftlichen Hauptkulturen ohne deren Schädigung
verwendet werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch den in den Ansprüchen
gekennzeichneten Gegenstand gelöst. Vorteilhafte Weiterbildun-
gen sind in den Unteransprüchen beschrieben.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen eignen sich überraschender-
weise hervorragend zur Bekämpfung von Problemunkräutern bei
einer Verträglichkeit insbesondere für Sojabohnen, Sonnenblu-
me, Kartoffeln, Tomaten, Baumwolle. Mais, Weizen, Gerste und
Reis. Sie übertreffen hierin die bekannten Mittel. Mit diesen
Eigenschaften verbindet sich eine große technische Fortschritt-
lichkeit.

Es ist bekannt, daß aus ökonomischen Gründen die wichtigsten
landwirtschaftlichen Kulturen mehr und mehr in enger Frucht-
folge miteinander gestellt werden. Bezüglich der Unkrautflo-

ra hat das zur Folge, daß sich mehr und mehr spezifische Be-

gleitfloren entwickeln. Wenn darunter, was fast die Regel ist, sich Unkräuter befinden, die mit dem heutigen Stand der Technik auf dem Gebiet der Unkrautbekämpfung schwer bekämpfbar sind, so entstehen Bedingungen, die leicht zur Dominanz solcher Arten führen.

Dem Problem versucht man zum Beispiel zu begegnen, indem man mit vollen oder sogar überhöhten Herbizidaufwandmengen die Bekämpfung versucht. Dadurch werden oft Schäden an der Kultur verursacht. Da die bekannten Herbizide auch residual über den Boden auf die Folgekultur einwirken können, entstehen auch an dieser oft Schäden. Gewünscht wird daher von einem fortschrittlichen Herbizid eine gute Aktivität gegen Problemunkräuter bei gleichzeitiger guter Verträglichkeit gegen mehrere landwirtschaftliche Hauptkulturen, die in Fruchtfolge stehen.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen erfüllen diese Anforderungen und zeichnen sich durch eine überraschend gute Verträglichkeit gegenüber den oben genannten Kulturen aus, wobei sie sowohl im Voraufbauverfahren als auch im Nachaufbauverfahren eingesetzt werden können.

Die herbizide Wirkung erstreckt sich gegen viele Unkrautarten. Die Anwendung kann durch Einarbeitung in den Boden vor der Kultursaat oder im Vor- bzw. Nachaufbau erfolgen. Es können auch Ausbringungstechniken angewendet werden, bei welchen die herbiziden Mittel mit Hilfe der Spritzgeräte so gespritzt werden, daß die Blätter der Kulturpflanzen nach Möglichkeit nicht getroffen werden, während die Wirkstoffe auf die Blätter darüber wachsender unerwünschter Pflanzen oder die Bodenoberfläche gelangen (post-directed, lay-by).

Die Aufwandmengen betragen für eine selektive Unkrautbekämpfung etwa 0,1 bis 5,0 kg Wirkstoff/ha. In höheren Aufwandmengen können die Verbindungen auch zur totalen Unkrautbekämpfung verwendet werden.

Von den erfindungsgemäßen Verbindungen zeichnen sich durch eine optimale Wirkung der beschriebenen Art insbesondere diejenigen aus, bei denen in der allgemeinen Formel I

R_1 4-Fluorphenyl, Cyclohexyl, 1-Methylcyclohexyl oder tert-Butyl,

R_2 Wasserstoff,

R_3 Wasserstoff und

R_4 Wasserstoff oder Methyl bedeuten.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen können entweder allein, in Mischung miteinander oder mit anderen Wirkstoffen angewendet werden. Gegebenenfalls können Entblätterungs-, Pflanzenschutz- oder Schädlingsbekämpfungsmittel je nach dem gewünschten Zweck zugesetzt werden.

Sofern eine Verbreiterung des Wirkungsspektrums beabsichtigt ist, können auch andere Biozide zugesetzt werden. Beispielsweise eignen sich als herbizid wirksame Mischungspartner diejenigen Wirkstoffe, die in Weed Abstracts, Vol. 31, No. 7, 1982, unter Dem Titel "Lists of common names and abbreviations employed for currently used herbicides and plant growth regulators in weed abstracts" aufgeführt sind. Außerdem können auch nichtphytotoxische Mittel angewendet werden, die mit Herbiziden und/oder Wuchsregulatoren eine synergistische Wirkungssteigerung ergeben können, wie unter anderen Netzmittel, Emulgatoren, Lösungsmittel und ölige Zusätze.

Als Mischungspartner können außerdem Phospholipide verwendet werden, zum Beispiel solche aus der Gruppe Phosphatidylcholin, den hydrierten Phosphatidylcholinen, Phosphatidylethanolamin, den N-Acyl-phosphatidylethanolaminen, Phosphatidylinosit, Phosphatidylserin, Lysolecithin und Phosphatidylglycerol.

5 Zweckmäßig werden die erfindungsgemäßen Wirkstoffe oder deren Mischung in Form von Zubereitungen wie Pulvern, Streumitteln, Granulaten, Lösungen, Emulsionen oder Suspensionen unter Zusatz von flüssigen und/oder festen Trägerstoffen beziehungsweise Verdünnungsmitteln und gegebenenfalls von Netz-, Haft-, Emulgier- und/oder Dispergierhilfsmitteln, angewandt, vorzugsweise in Form von Emulsionskonzentraten.

10 Geeignete flüssige Trägerstoffe sind zum Beispiel Wasser, aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Benzol, Toluol, Xylol, Cyclohexanon, Isophoron, Dimethylsulfoxyd, Dimethylformamid, weiterhin Mineralölfraktionen.

15 Als feste Trägerstoffe eignen sich Mineralerden, zum Beispiel Bentonite, Silicagel, Talkum, Kaolin, Attapulgit, Kalkstein, Kieselsäure und pflanzliche Produkte, zum Beispiel Mehle.

20 An oberflächenaktiven Stoffen sind zu nennen zum Beispiel Calciumligninsulfonat, Polyoxyäthylen-alkylphenoläther, Naphthalinsulfonsäuren und deren Salze, Phenolsulfonsäuren und deren Salze, Formaldehydkondensate, Fettalkoholsulfate sowie substituierte Benzolsulfonsäuren und deren Salze.

25 Der Anteil des bzw. der Wirkstoffe(s) in den verschiedenen Zubereitungen kann in weiten Grenzen variieren. Beispielsweise enthalten die Mittel etwa 5 bis 95 Gewichtsprozent Wirkstoffe, etwa 95 bis 5 Gewichtsprozent flüssige oder feste Trägerstoffe sowie gegebenenfalls bis zu 20 Gewichtsprozent
30 oberflächenaktive Stoffe.

Die Ausbringung der Mittel kann in üblicher Weise erfolgen, zum Beispiel mit Wasser als Träger in Spritzbrühmengen von etwa 100 bis 1000 Liter/ha. Eine Anwendung der Mittel im so-
35 genannten Low-Volume- und Ultra-Low-Volume-Verfahren ist ebenso möglich wie ihre Applikation in Form von sogenannten Mikrogranulaten.

ORIGINAL

-9-

Zur Herstellung der Zubereitungen werden zum Beispiel die folgenden Bestandteile eingesetzt:

- 5 a) 80 Gewichtsprozent Wirkstoff
 - 15 15 Gewichtsprozent Kaolin
 - 5 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe auf Basis des Natriumsalzes des N-Methyl-N-oleyl-taurins und des Calciumsalzes der Ligninsulfonsäure
- 10 b) 50 Gewichtsprozent Wirkstoff
 - 40 Gewichtsprozent Tonmineralien
 - 5 Gewichtsprozent Zellpech
 - 5 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe auf der Basis einer Mischung des Calciumsalzes der Ligninsulfonsäure
 - 15 Alkylphenolpolyglykoläthern
- c) 20 Gewichtsprozent Wirkstoff
 - 70 Gewichtsprozent Tonmineralien
 - 5 Gewichtsprozent Zellpech
 - 20 5 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe auf der Basis einer Mischung des Calciumsalzes der Ligninsulfonsäure mit Alkylphenolpolyglykoläthern
- d) 5 Gewichtsprozent Wirkstoff
 - 25 80 Gewichtsprozent koloidale Kieselsäure
 - 10 Gewichtsprozent Zellpech
 - 5 Gewichtsprozent oberflächenaktive Stoffe auf der Basis eines Fettsäurekondensationsproduktes.

30 Die neuen erfindungsgemäßen Verbindungen der allgemeinen Formel I lassen sich zum Beispiel herstellen, indem man

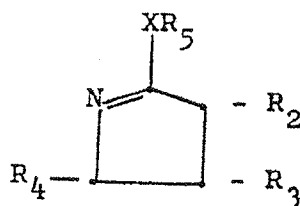
35

BAD ORIGINAL

- 10 -

a) Verbindungen der allgemeinen Formel

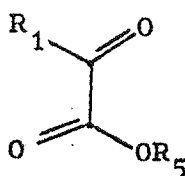
5



II

zunächst mit Hydrazin und anschließend mit Verbindungen der allgemeinen Formel

10



III

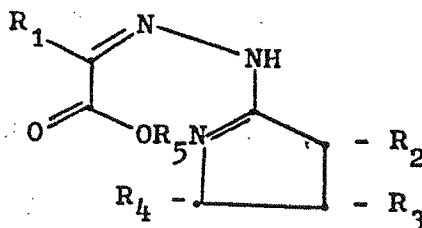
15

umsetzt, worin R_1 , R_2 , R_3 und R_4 die oben genannte Bedeutung haben, X ein Sauerstoff- oder Schwefelatom und R_5 Wasserstoff, einen Methyl- oder Äthylrest darstellen, oder

20

b) Verbindungen der allgemeinen Formel

25



IV

in einem gegenüber Verbindungen der allgemeinen Formel IV inerten Lösungsmittel erhitzt.

30

Die Ausgangsprodukte zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen sind an sich bekannt oder können nach an sich bekannten Verfahren hergestellt werden.

35

Als anorganische und organische Säuren zur Bildung der Säureadditionssalze sind beispielsweise zu nennen Halogenwasserstoffsäuren wie Chlorwasserstoffsäure und Bromwasserstoffsäure,

ferner Phosphorsäure, Schwefelsäure, Salpetersäure; mono- und bifunktionelle Carbonsäuren und Hydroxycarbonsäuren wie zum Beispiel Essigsäure, Maleinsäure, Bernsteinsäure, Fumarsäure, Weinsäure, Zitronensäure, sowie Sulfonsäuren wie zum Beispiel p-Toluolsulfonsäure und 1,5-Naphthalindisulfonsäure.

Die Säureadditionssalze können nach den üblichen Salzbildungsverfahren, zum Beispiel durch Lösen einer Verbindung der Formel I in einem geeigneten Lösungsmittel und hinzufügen der Säure erhalten werden.

Zur Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel I erfolgt die Umsetzung der Reaktionspartner gemäß den Verfahrensvarianten a) und b) zwischen 20 und 120°C. Die Reaktionsdauer beträgt in der Regel 1 bis 72 Stunden. Zur Synthese der erfindungsgemäßen Verbindungen werden die Reaktanden in etwa äquimolaren Mengen eingesetzt. Geeignete Reaktionsmedien sind gegenüber den Reaktanden inerte Lösungsmittel. Als Lösungs- bzw. Suspensionsmittel seien beispielsweise Äther wie Diäthyläther, Tetrahydrofuran und Dioxan; Alkohole wie Methanol, Äthanol, Propanol und Isobutanol und aromatische Kohlenwasserstoffe wie zum Beispiel Toluol und Xylol genannt.

Die nach den oben genannten Verfahren hergestellten erfindungsgemäßen Verbindungen können nach üblichen Verfahren aus dem Reaktionsgemisch isoliert und durch Kristallisation oder Säulenchromatographie gereinigt werden. Die erfindungsgemäßen Verbindungen stellen in der Regel farb- und geruchlose kristalline Körper dar, die schwer löslich in Wasser und aliphatischen Kohlenwasserstoffen sind, mäßig bis gut löslich in halogenierten Kohlenwasserstoffen wie Chloroform; und Ketonen wie Aceton; Carbonsäureamiden wie Dimethylformamid; Sulfoxiden wie Dimethylsulfoxid; Carbonsäurenitrilen wie Acetonitril und niederen Alkoholen wie Methanol und Äthanol.

Als Lösungsmittel zur Umkristallisation eignen sich insbesondere Äthanol, Isopropanol, Diisopropyläther, Toluol, Acetonitril und Essigester.

-12-

Die folgenden Beispiele erläutern die Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen.

5

BEISPIEL 1

3-Cyclopentyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo 2,1-c7 1,2,47-
triazin-4-on

10

Zur Lösung von 9,1 g (0,08 Mol) Butyrolactim-äthyläther in 40 ml absolutem Äthanol gibt man 3,8 g (0,08 Mol) 100 %iges Hydrazinhydrat und rührt 12 Stunden bei Raumtemperatur. Danach tropft man 13,6 g Cyclopentylglyoxylsäureäthylester zu (exotherme Reaktion) und erhitzt 30 Stunden unter Rückfluß. Die Reaktionslösung wird eingeeengt und der Rückstand mit Petroläther ausgereiht. Die so erhaltenen Kristalle werden abgesaugt und getrocknet.

20

Ausbeute: 6,2 g = 38 % der Theorie

Fp.: 108-110°C

Analyse:	berechnet	C 64,35%	H 7,37%	N 20,48%
	gefunden	C 64,15%	H 7,66%	N 20,30%

25

30

35

-13-

BAD ORIGINAL

BEISPIEL 2

3-tert-Butyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo [2,1-c] [1,2,4]-
triazin-4-on

5

1,7 g (8 Mol) 4,4-Dimethyl-2-(1-pyrrolidin-2-ylhydrazono)-
pentansäure werden 36 Stunden in 50 ml absolutem Äthanol un-
ter Rückfluß erhitzt, das Lösungsmittel abgezogen und der
Rückstand aus Isopropyläther umkristallisiert.

10

Ausbeute 0,8 g = 52 % der Theorie

Fp.: 130-131°C

Analyse: berechnet C 62,13 % H 7,83 % N 21,76 %

15

gefunden C 62,08 % H 7,47 % N 22,12 %

20

In analoger Weise lassen sich unter Verwendung entsprechender
Ausgangsprodukte die in der folgenden Tabelle aufgeführten
Verbindungen herstellen.

25

30

35

BAD ORIGINAL

- 14 -

Beispiel Nr.	Name der Verbindungen	Physikalische Konstante
3	6-Methyl-3-phenyl-4,6,7,8-tetrahydro- pyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	Fp.: 89- 90°C
4	3-Phenyl-4,6,7,8-tetrahydro-pyrrolo- [2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	Fp.: 163°C
5	3-(4-Fluorphenyl)-6-methyl-4,6,7,8- -tetrahydro-pyrrolo [2,1-c][1,2,4]- triazin-4-on	Fp.: 146-149°C
6	3-tert-Butyl-6-methyl-4,6,7,8-tetra- hydro-pyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	Fp.: 80- 83°C
7	3-Cyclohexyl-6-methyl-4,6,7,8-tetra- hydro-pyrrolo[2,1-c][1,2,4]triazin-4-on	Fp.: 80- 81°C
8	3-Cyclopentyl-6-methyl-4,6,7,8-tetra- hydro-pyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	Fp.: 88- 89°C
9	3-Cyclohexyl-4,6,7,8-tetrahydro-pyrrolo- [2,1-c][1,2,4]triazin-4-on	Fp.: 124-127°C
10	3-Methyl-4,6,7,8-tetrahydro-pyrrolo- [2,1-c][1,2,4]triazin-4-on	Fp.: 135-138°C
11	3-Isopropyl-4,6,7,8-tetrahydro-pyrrolo- [2,1-c][1,2,4]triazin-4-on	Fp.: 88- 90°C
12	3-Isobutyl-6-methyl-4,6,7,8-tetrahydro- pyrrolo[2,1-c][1,2,4]triazin-4-on	n_D^{20} : 1,5269
13	3-(1-Methylcyclohexyl)-6-methyl- -4,6,7,8-tetrahydro-pyrrolo[2,1-c]- [1,2,4]triazin-4-on	zähes Öl

Die folgenden Beispiele erläutern die Anwendungsmöglichkeiten der erfindungsgemäßen Verbindungen, die in Form der oben angegebenen Zubereitungen erfolgte.

5

BEISPIEL 14

10

Im Gewächshaus wurden die in der Tabelle aufgeführten erfindungsgemäßen Verbindungen in einer Aufwandmenge von 3 kg Wirkstoff/ha auf Sinapis und Chrysanthemum als Testpflanzen im Nachauflaufverfahren gespritzt. 3 Wochen nach der Behandlung wurde das Behandlungsergebnis bonitiert, wobei

15

0 = keine Wirkung und 4 = Vernichtung der Pflanzen bedeutet.

Wie aus der Tabelle ersichtlich wird, wurde in der Regel eine Vernichtung der Testpflanzen erreicht.

20

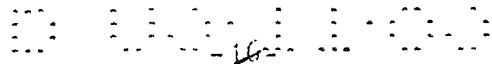
25

30

-16-

35

BAD ORIGINAL



17

SCHERING

3340026

Erfindungsgemäße Verbindungen		Nachlauf Sinapis Chrysanthemum	
5	6-Methyl-3-phenyl-4,6,7,8-tetrahydro- pyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
	3-Phenyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo- [2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
	3-(4-Fluorphenyl)-6-methyl-4,6,7,8- -tetrahydropyrrolo [2,1-c][1,2,4]- triazin-4-on	4	4
10	3-tert-Butyl-4,6,7,8-tetrahydro- pyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
	3-tert-Butyl-6-methyl-4,6,7,8-tetra- hydropyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
	3-Cyclopentyl-4,6,7,8-tetrahydro- pyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
15	3-Cyclohexyl-6-methyl-4,6,7,8-tetra- hydropyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
	3-Cyclopentyl-6-methyl-4,6,7,8-tetra- hydropyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
	3-Cyclohexyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo- [2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
20	3-Methyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo- [2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
	3-Isopropyl-4,6,7,8-tetrahydropyrrolo- [2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
	3-Isobutyl-6-methyl-4,6,7,8-tetrahydro- pyrrolo[2,1-c][1,2,4] triazin-4-on	4	4
30	3-(1-Methylcyclohexyl)-6-methyl- -4,6,7,8-tetrahydropyrrolo[2,1-c]- [1,2,4] triazin-4-on	4	4

35

-17-

BAD ORIGINAL

BEISPIEL 15

Im Gewächshaus wurden die aufgeführten Pflanzen nach dem
 Auslaufen mit den aufgeführten Verbindungen in einer Auf-
 wandmenge von 0,4 kg Wirkstoff/ha behandelt. Die Verbindun-
 gen wurden zu diesem Zweck als wäßrige Lösung bzw. Suspen-
 sion mit 500 Liter Wasser/ha gleichmäßig über die Pflanzen
 versprüht. Auch hier zeigt 3 Wochen nach der Behandlung die
 erfindungsgemäßen Verbindungen eine hohe Selektivität bei
 ausgezeichneter Wirkung gegen das Unkraut. Das Vergleichs-
 mittel zeigt diese Selektivität nicht.

15

20

25

30

35

Erfindungsgemäße
Verbindungen

Erdbnuß

Soja

Sonnenblume

Kartoffel

Mais

Weizen

Reis

Stellaria

Abutilon

Chrysanthemum

Fagopyrum

Sesbania

Datura

Centaurea

3-(4-Fluorphenyl)-6-
methyl-4,6,7,8-tetra-
hydropyrrolo /2,1-c7-
/1,2,4/ triazin-4-on

10

10

10

10

10

10

10

0

0

0

0

0

0

0

3-Cyclohexyl-6-methyl
-4,6,7,8-tetrahydro-
pyrrolo /2,1-c7 /1,2,4/
-triazin-4-on

10

10

10

10

10

10

10

0

0

0

0

0

0

0

3-(1-Methylcyclohexyl)-
6-methyl-4,6,7,8-tetra-
hydropyrrolo /2,1-c7-
/1,2,4/ triazin-4-on

10

10

10

10

10

10

10

0

0

0

0

0

0

0

Vergleichsmittel (gemäß DE-PS 2 138 031)

3-Äthyl-4-methyl-6-
phenyl-1,2,4-triazin-
5-on

10

5

2

10

5

6

8

0

0

0

0

0

0

0